

PRODUCTION OF ZEOLITE

Patent Number: JP54147200
Publication date: 1979-11-17
Inventor(s): MIYANOHARA ISAO; others: 02
Applicant(s): TOYO SODA MFG CO LTD
Requested Patent: ☐ JP54147200
Application: JP19780054466 19780510
Priority Number(s):
IPC Classification: C01B33/28
EC Classification:
Equivalents: JP59006810B

Abstract

PURPOSE: To easily produce zeolite with a narrow grain size distribution suitable for use as a detergent builder by mixing an aq. soln. of an alkali aluminate with an aq. soln. of an alkali silicate followed by crystallization.
CONSTITUTION: A 7-20 wt% (as Al_2O_3) aq. soln. of an alkali aluminate and a 5-20 wt% (as SiO_2) aq. soln. of an alkali silicate are preheated to 40-70 deg.C, charged into a reactor, mixed, and held at the above temp. with stirring for 0.5-2 hr to form zeolite. At this time, the molar ratio of $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ in the mixed soln. is regulated to 1.8-2.2. Both of the solns. may be charged into the reactor at the same time, it, however, is desirable that all or 5-50 wt% of the aluminate soln. is charged into the reactor in advance, and the silicate soln. and the remaining aluminate soln. are simultaneously charged with stirring within 20 min.

Data supplied from the esp@cenet database - 12

⑬日本国特許庁(JP)

⑭特許出願公開

⑫公開特許公報 (A)

昭54—147200

⑤Int. Cl.²
C 01 B 33/28

識別記号 ⑥日本分類
15 J 1

庁内整理番号
6765—4G

⑬公開 昭和54年(1979)11月17日

発明の数 1
審査請求 未請求

(全 7 頁)

⑭ゼオライトの製造方法

⑮特 願 昭53—54466
⑯出 願 昭53(1978)5月10日
⑰発 明 者 宮之原勲
新南陽市大字富田4560番地 東
洋曹達工業株式会社内
同 官崎弘

⑱発 明 者 橋本真一
新南陽市大字富田4560番地 東
洋曹達工業株式会社内
⑲出 願 人 東洋曹達工業株式会社
新南陽市大字富田4560番地

明 細 書

1. 発明の名称

ゼオライトの製造方法

2. 特許請求の範囲

- 1 アルミン酸アルカリ水溶液およびケイ酸アルカリ水溶液を混合して結晶化させることに
より洗剤のビルダーとして適当であるゼオラ
イトを製造するに際し、SiO₂濃度 20 wt%
以下のケイ酸アルカリ水溶液を用いることを
特徴とするゼオライトの製造法。
- 2 SiO₂濃度が 5～20 wt%の範囲のケイ酸ア
ルカリ水溶液を用いる特許請求の範囲第1項
記載の製造法。
- 3 アルミン酸アルカリ水溶液およびケイ酸ア
ルカリ水溶液を 40～70℃で混合攪拌し、
その温度で 0.5～2 時間保持し、その後 75
℃以上に昇温し結晶化を行わせる特許請求の
範囲第1又は第2項記載の製造法。

- 4 アルミン酸アルカリ水溶液およびケイ酸ア
ルカリ水溶液を混合して結晶化させるに際し、
20 分間以内で両水溶液を混合する特許請求
の範囲第1項～第3項いずれか記載の製造法。

3. 発明の詳細な説明

本発明はアルミン酸アルカリ水溶液およびケイ
酸アルカリ水溶液を反応させることによる洗剤の
ビルダーとして適当なゼオライトの製法に関する。
さらに詳しくは、硬水中でのカルシウムイオン交
換速度およびイオン交換容量が大きく、かつ分散
性能の優れたビルダー用ゼオライトの製法に関す
る。

ゼオライトは各種のタイプがあり、それ自体に
微細な孔を持ち、その細孔に適合する分子径を持
つ他物質を極めて効果的に吸着する能力を持っ
ている。またゼオライトを構成するアルカリ金属は、
他の1価または2価イオンと容易に置換する性質
を持っており、また触媒としてもすぐれた機能を
有している。

したがって、これらの特性を応用し、乾燥、触媒、分離精製、イオン交換など数多くの用途が開発され工業的に利用されている。

ゼオライトのイオン交換作用は古くからその特性が知られており、硬水の軟化剤として使用されてきた。最近、合成洗剤による環境への悪影響が社会問題となり、特に洗剤中のある種のビルダーが河川や海洋における富栄養化をもたらす1因と考えられることから、これに代る成分としてゼオライトを用いることが検討されている。

ゼオライトを洗剤のビルダーとして用いる場合、その具備すべき特性として

- (1) これを用いた洗剤で洗濯後、布などに付着残留せず、洗濯後の廃水によって河川や海洋の汚濁などの環境汚染を起さないことが必要であり、このためには粗大粒子ならびに微細粒子が少なく適当な粒度分布(概ね1~5 μ)を有することが必須である。ゼオライトは水に不溶性であるため5 μ より大きい粗大粒子が多いと、該粒子は布に付着残留する恐れがあるため洗剤とし

て不適当であり、また1 μ より小さい微粒子が多いと、該微粒子は沈降除去が難しいため水質汚濁の一因として新たに環境上の問題を生ずる恐れがある。

- (2) 硬水中でのカルシウムイオン交換速度およびイオン交換容量が大きく、かつ水への分散性能が良好である。

- (3) 他の洗剤成分と良く調和し洗剤としての商品特性を損なわない。

などである。従って、この様な条件、特に1~5 μ の範囲の粒度分布を持つゼオライトを容易に製造することは重要な課題である。

本発明者等は、洗剤のビルダーとして用いるゼオライトの製造法について検討を重ねた結果、ある条件下において製造したゼオライトは、前記した条件を十分に満足し得ることを見出し、本発明を完成した。

本発明はアルミン酸アルカリ水溶液およびケイ酸アルカリ水溶液を原料とし、これを混合して、ゲルの生成反応を起させ、次いで昇温により結晶

化させてゼオライトを得る方法において、以下に述べる様に、原料として用いるケイ酸アルカリ水溶液を限定された濃度範囲として、反応を行うことを特徴とするものである。

本発明をさらに詳しく説明する。洗剤のビルダーとして適当なゼオライトは一般式



[式中Meはアルカリ金属陽イオンを表わす]で表わされる通称A型ゼオライトである。

アルカリ金属Meはカリウムまたはとくにナトリウムである。

本発明では原料として用いるケイ酸アルカリ水溶液の組成を SiO_2 濃度として20wt%以下、好ましくは5~20wt%、更に好ましくは10~16wt%の範囲に調整することが必須である。ケイ酸アルカリ水溶液中の SiO_2 濃度が20wt%より太であると、生成したゼオライトは凝集しやすく、粗大粒子となり、分散性能に劣るなど、洗剤のビルダーとして保持すべき前記した条件を満たすものとならない。

又、本発明に用いるケイ酸アルカリ水溶液は、高濃度のケイ酸ソーダ水溶液を希釈して用いることも出来るが、ケイ砂などの原料を例えばカセイソーダ水溶液で溶解し直接ケイ酸ソーダ水溶液として用いることが好ましい。

しかし、 SiO_2 として5wt%より少ない希薄ケイ酸アルカリ水溶液を用いることは、経済的に不利となるので好ましくない。

一方の原料であるアルミン酸アルカリ水溶液の組成は、 Al_2O_3 濃度として、7wt%から20wt%以下特に15wt%までの範囲が好ましい。

濃度調整したアルミン酸アルカリ水溶液およびケイ酸アルカリ水溶液は40~70℃好ましくは50~70℃に予熱しこれらを反応槽に仕込んで混合し、ゲル化反応に供する。混合物は攪拌しながら混合開始時から0.5~2時間、好ましくは0.5~1.5時間上記の温度を保持する。この温度範囲外でゲル化反応を行うと生成ゼオライトはその粒子径が粗大あるいは微細に偏ると共に粒子径分布が広くなり、かつイオン交換速度およびイオ

ン交換容量が小さくなるなど洗剤のビルダーとしては不適当となるので好ましくない。ついでゲル化した混合物は昇温し結晶化させる。この際反応液中の $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ モル比は 1.8 ~ 2.2 に調整することが好ましい。

アルミン酸アルカリ水溶液とケイ酸アルカリ水溶液の混合方法は両溶液を夫々同時に反応槽に仕込んで混合してもよいが、アルミン酸アルカリ水溶液の全量又はその一部好ましくは全量の 5 ~ 30 wt% の量を前もって反応槽に仕込み、攪拌しながら、その中にケイ酸アルカリ水溶液および分割した場合の残余のアルミン酸アルカリ水溶液を同時に仕込む。これらの仕込みは 20 分以内好ましくは 10 分以内に終えることが好ましい。仕込時間が 20 分を越えると生成したゼオライトは粒度分布の巾が広がり 5 μ 以上の粗大粒子が著しく増加し、かつ、カルシウムイオン交換速度および交換容量が小さくなる。

結晶化が完了したゼオライトのスラリーは過剰のアルカリを含んでいるので水で十分に洗浄し、

に予熱し 30 μ の容量の反応器にその量の約 10 wt% の量を仕込み攪拌しながら、残りのアルミン酸ソーダ水溶液と 60 $^{\circ}\text{C}$ に予熱したケイ酸ソーダ水溶液 10 μ を同時に、5 分間かけて仕込んだ。仕込混合開始時から 1 時間、60 $^{\circ}\text{C}$ に保ち、その後昇温しながら 30 分後に 80 $^{\circ}\text{C}$ とした、さらに 80 $^{\circ}\text{C}$ で 8 時間保持し、結晶化を完了させた。生成したスラリーからブフナーロートを用いてゼオライトを分離し、十分に水洗し過剰のアルカリ分を除去した後乾燥し製品とした。得られたゼオライトの約 100 μ を塩化アンモン飽和水溶液デシケータに入れ真空下で一昼夜放置し所定の結晶水 (4.5 水塩) を持つように調整した。この調整したゼオライトの粒度分布およびカルシウムイオン交換量を測定し夫々表-1 および表-2 に示した。

粒度分布の測定はパーティクルサイズアナライザー (日立製作所製) を用いた。

カルシウムイオン交換量の測定は 10⁻³ モルの塩化カルシウムを正確に秤量し、2.5 μ の蒸留水に溶解して 1 μ とし、25 $^{\circ}\text{C}$ に保温したこの塩化

これを除去する。水で 1 ~ 2 回洗浄し大部分のアルカリを除去した後、鉍酸あるいは炭酸ガスを用いて残存している過剰のアルカリを中和することもできる。過剰のアルカリを除去して得たゼオライトは乾燥し製品とする。

本発明法により製造したゼオライトは、硬水中のカルシウムイオンと迅速にイオン交換し、しかもイオン交換容量が大きく、かつ分散性能が優れている。さらにこれは粒度分布の巾が狭く 5 μ より大のおよび 1 μ より小の粒子が少ないため洗剤のビルダーとして満足するものである。

次に実施例により本発明を説明する。

実施例 1

市販のアルミン酸ソーダ水溶液を水で希釈しカセイソーダ水溶液を加えて Al_2O_3 濃度 1.0.1 wt% Na_2O 濃度 12.6 wt% に調整した。ケイ酸ソーダ水溶液はケイ砂をカセイソーダ水溶液で溶解し SiO_2 濃度 12 wt%、 Na_2O 3.9 wt% に調整した。

このアルミン酸ソーダ水溶液 10.1 μ を 60 $^{\circ}\text{C}$

カルシウム水溶液 1 μ をマグネティックスターラーで攪拌しながらこの中に調整したゼオライト (4.5 水塩) 5.65 μ を投入し、2 分後、4 分後、8 分後、15 分後に各々 1.0 μ づつ採取し、これらをすばやくグラスフィルター (0-5) で濾過し、濾液中の残存カルシウムの濃度を原子吸光分析により求めた。

実施例 2

市販のアルミン酸ソーダ水溶液を水で希釈し、カセイソーダ水溶液を加えて Al_2O_3 濃度 1.5 wt%、 Na_2O 18.8 wt% に調整した。ケイ酸ソーダ水溶液はケイ砂をカセイソーダ水溶液で溶解し SiO_2 濃度 10 wt%、 Na_2O 3.1 wt% に調整した。このアルミン酸ソーダ水溶液 6.8 μ とケイ酸ソーダ水溶液 1.2 μ を用い実施例 1 におけると同じ操作でゼオライトを製造した。このゼオライトの粒度分布およびカルシウムイオン交換量を測定し、その結果を表-1 および表-2 に示した。

実施例 3

市販のアルミン酸ソーダ水溶液を水で希釈し、カセイソーダ水溶液を加えて Al_2O_3 濃度 7 wt%, Na_2O 濃度 9.5 wt% に調製した。ケイ酸ソーダ水溶液はケイ砂をカセイソーダ水溶液で溶解し、 SiO_2 濃度 1.6 wt%, Na_2O 5 wt% に調製した。このアルミン酸ソーダ水溶液 1.46 ㏄とケイ酸ソーダ水溶液 7.5 ㏄を用い、実施例 1 におけると同じ操作でゼオライトを製造した。このゼオライトの粒度分布およびカルシウムイオン交換量を測定し、その結果を表-1 および表-2 に示した。

実施例 4

市販のアルミン酸ソーダ水溶液を水で希釈し、カセイソーダ水溶液を加えて Al_2O_3 5 wt%, Na_2O 濃度 8 wt% に調製した。ケイ酸ソーダ水溶液は市販のケイ酸ソーダ水溶液を水で希釈し、 SiO_2 濃度 2.0 wt%, Na_2O 濃度 6.5 wt% に調製した。このアルミン酸ソーダ水溶液 2.04 ㏄とケイ酸ソーダ水溶液 6.0 ㏄を用い実施例 1 におけると同じ操

製した。ケイ酸ソーダ水溶液は市販のケイ酸ソーダ水溶液を水で希釈し、 SiO_2 濃度 2.4 wt%, Na_2O 濃度 7.8 wt% に調製した。このアルミン酸ソーダ水溶液 1.5.3 ㏄とケイ酸ソーダ水溶液 5 ㏄を用い実施例 1 におけると同じ操作でゼオライトを製造した。このゼオライトの粒度分布およびカルシウムイオン交換量を測定し表-1 および表-2 に示した。

実施例 6

実施例 1 と同じ組成同じ液量のアルミン酸ソーダ水溶液とケイ酸ソーダ水溶液を用い実施例 1 におけると同じ操作でゼオライトを製造した。ただしアルミン酸ソーダ水溶液とケイ酸ソーダ水溶液の予熱温度とこれらの液の混合開始時から昇温開始時までの 1 時間は混合液の温度を 70℃ に保持した。このゼオライトの粒度分布およびカルシウムイオン交換量を測定し、表-1 および表-2 に示した。

特開 昭 54-147200 (4)

作でゼオライトを製造した。このゼオライトの粒度分布およびカルシウムイオン交換量を測定し表-1 および表-2 に示した。

実施例 5

市販の水酸化アルミニウムをカセイソーダ水溶液で溶解し Al_2O_3 濃度 2.0 wt%, Na_2O 濃度 2.3 wt% のアルミン酸ソーダを調製した。ケイ砂をカセイソーダ水溶液で溶解し、 SiO_2 濃度 7.9 wt%, Na_2O 3.2 wt% に調製した。このアルミン酸ソーダ水溶液 5.1 ㏄とケイ酸ソーダ水溶液 1.5.2 ㏄を用い実施例 1 におけると同じ操作でゼオライトを製造した。このゼオライトの粒度分布およびカルシウムイオン交換量を測定しその結果を表-1 および表-2 に示した。

比較例 1

市販のアルミン酸ソーダ水溶液を水で希釈し、カセイソーダ水溶液を加えて Al_2O_3 濃度 6.7 wt%, Na_2O 濃度 8.2 wt% のアルミン酸ソーダ水溶液を調

実施例 7

実施例 1 と同じ組成、同じ液量のアルミン酸ソーダ水溶液とケイ酸ソーダ水溶液を用い実施例 1 におけると同じ操作でゼオライトを製造した。ただしアルミン酸ソーダ水溶液とケイ酸ソーダ水溶液の予熱温度とこれらの液の混合開始時から昇温開始時までの 1 時間は混合液の温度を 50℃ に保持した。このゼオライトの粒度分布およびカルシウムイオン交換量を測定し、表-1 および表-2 に示した。

実施例 8

実施例 1 と同じ組成、同じ液量のアルミン酸ソーダ水溶液とケイ酸ソーダ水溶液を用い実施例 1 におけると同じ操作でゼオライトを製造した。ただしアルミン酸ソーダ水溶液とケイ酸ソーダ水溶液の予熱温度とこれらの液の混合開始時から昇温開始時までの 1 時間は混合液の温度を 40℃ に保持した。このゼオライトの粒度分布およびカルシウムイオン交換量を測定し表-1 および表-2 に

示した。

実施例 9

実施例 1 と同じ組成、同じ液量のアルミン酸ソーダ水溶液とケイ酸ソーダ水溶液を用い実施例 1 におけると同じ操作でゼオライトを製造した。ただし、アルミン酸ソーダ水溶液とケイ酸ソーダ水溶液の予熱温度を 80℃ にし、これらの液の混合開始時から 2.5 時間は 80℃ に保持し結晶化を完了させた。このゼオライトの粒度分布およびカルシウムイオン交換量を測定し表-1 および表-2 に示した。

実施例 10

実施例 1 と同じ組成、同じ液量のアルミン酸ソーダ水溶液とケイ酸ソーダ水溶液を用い実施例 1 におけると同じ操作でゼオライトを製造した。ただしアルミン酸ソーダ水溶液とケイ酸ソーダ水溶液の温度を 20℃ にし、これらの液の混合開始時から昇温開始時までの 1 時間は混合液の温度を

および表-2 に示した。

実施例 13

実施例 1 と同じ組成、同じ液量のアルミン酸ソーダ水溶液とケイ酸ソーダ水溶液を用い、実施例 1 におけると同じ操作でゼオライトを製造した。ただし、両水溶液を同時に投入開始してから昇温開始までの時間を 2 時間に³⁰した。このゼオライトの粒度分布およびカルシウムイオン交換量を測定し表-1 および表-2 に示した。

実施例 14

実施例 1 と同じ組成、同じ液量のアルミン酸ソーダ水溶液とケイ酸ソーダ水溶液を用い、実施例 1 におけると同じ操作でゼオライトを製造した。ただし、両水溶液を同時に混合開始してから昇温開始までの時間を 3 時間に³⁰した。このゼオライトの粒度分布を測定し表-1 に示した。

20℃ に保持した。このゼオライトの粒度分布およびカルシウムイオン交換量を測定し表-1 および表-2 に示した。

実施例 11

実施例 1 と同じ組成、同じ液量のアルミン酸ソーダ水溶液とケイ酸ソーダ水溶液を用い、実施例 1 におけると同じ操作でゼオライトを製造した。ただし、両水溶液を同時に投入開始してから昇温開始時までの時間を 1.5 時間に³⁰した。このゼオライトの粒度分布およびカルシウムイオン交換量を測定し表-1 および表-2 に示した。

実施例 12

実施例 1 と同じ組成、同じ液量のアルミン酸ソーダ水溶液とケイ酸ソーダ水溶液を用い、実施例 1 におけると同じ操作でゼオライトを製造した。ただし両水溶液を同時に投入開始してから昇温開始時までの時間を 30 分に³⁰した。このゼオライトの粒度分布およびイオン交換量を測定し表-1 および表-2 に示した。

実施例 15

実施例 1 と同じ組成、同じ液量のアルミン酸ソーダ水溶液とケイ酸ソーダ水溶液を用い、実施例 1 におけると同じ操作でゼオライトを製造した。ただし、両水溶液を同時に混合開始してから昇温開始までの時間を 15 分に³⁰した。このゼオライトの粒度分布およびカルシウムイオン交換量を測定し表-1 および表-2 に示した。

実施例 16

実施例 1 と同じ組成、同じ液量のアルミン酸ソーダ水溶液とケイ酸ソーダ水溶液を用い、実施例 1 におけると同じ操作でゼオライトを製造した。ただし、両水溶液の反応槽への投入時間を 10 分に³⁰した。このゼオライトの粒度分布およびカルシウムイオン交換量を測定し表-1 および表-2 に示した。

実施例 17

実施例 1 と同じ組成、同じ液量のアルミン酸ソーダ水溶液とケイ酸ソーダ水溶液を用い、実施例 1 におけると同じ操作でゼオライトを製造した。

ーダ水溶液とケイ酸ソーダ水溶液を用い、実施例1におけると同じ操作でゼオライトを製造した。ただし、両水溶液の反応槽への投入時間を20分にした。このゼオライトの粒度分布およびカルシウムイオン交換量を測定し表-1および表-2に示した。

実施例18

実施例1と同じ組成、同じ液量のアルミン酸ソーダ水溶液とケイ酸ソーダ水溶液を用い、実施例1におけると同じ操作でゼオライトを製造した。ただし、両水溶液の反応槽への投入時間を30分にした。このゼオライトの粒度分布およびカルシウムイオン交換量を測定し表-1および表-2に示した。

実施例19

市販のケイ酸ソーダ水溶液(810₂濃度28.6wt%)を水で希釈し、さらにアルミン酸ソーダ水溶液を水で希釈し、実施例1と同じ組成、同じ液

量に調製した。これら両液を用い実施例1におけると同じ操作でゼオライトを製造した。このゼオライトの粒度分布およびカルシウムイオン交換量を測定し表-1および表-2に示した。

表-1 粒度分布測定結果(単位:wt%)

	粒 子 径 ・ 分 布					
	0~1 μ	1~2 μ	2~3 μ	3~4 μ	4~5 μ	5 μ ↑
実施例 1	0.5	4.62	4.33	10.0	—	—
" 2	1.4	5.64	3.91	3.1	—	—
" 3	0.6	2.58	4.90	21.5	3.2	—
" 4	0.1	6.2	2.39	31.5	28.2	10.1
" 5	3.5	6.67	2.75	2.3	—	—
比較例 1	0.4	3.2	10.1	16.9	20.4	49.0
実施例 6	0.2	3.71	4.62	14.1	0.4	—
" 7	2.3	5.81	3.44	5.2	—	—
" 8	9.9	60.1	2.79	2.1	—	—
" 9	0.1	20.8	2.49	28.3	14.6	11.3
" 10	19.3	65.8	1.36	1.3	—	—
" 11	2.4	53.8	3.82	5.6	—	—
" 12	0.3	38.6	4.62	14.9	—	—
" 13	4.8	60.3	31.7	3.2	—	—
" 14	17.8	57.6	2.33	1.3	—	—
" 15	0.3	23.7	3.49	21.2	11.3	8.6
" 16	0.4	39.6	4.51	14.9	—	—
" 17	0.3	26.5	3.87	19.0	14.8	0.7
" 18	0.3	11.0	33.8	26.7	18.9	9.3
" 19	0.3	10.9	3.87	30.1	14.4	5.6

表-2 カルシウムイオン交換量測定結果

	残存カルシウム濃度 ($\times 10^{-4}$ mol/L)				
	測定開始時	2分	4分	8分	15分
実施例 1	10.0	2.3	1.8	1.6	1.4
" 2	10.0	2.5	1.9	1.7	1.5
" 3	10.0	2.5	2.0	1.7	1.6
" 4	10.0	3.1	2.4	2.0	1.8
" 5	10.0	2.7	2.1	1.8	1.6
比較例 1	10.0	4.6	3.9	3.3	3.1
実施例 6	10.0	2.5	1.9	1.6	1.4
" 7	10.0	2.6	2.0	1.7	1.5
" 8	10.0	3.2	2.4	1.9	1.7
" 9	10.0	3.9	3.1	2.5	2.1
" 10	10.0	4.2	3.5	3.0	2.7
" 11	10.0	2.4	1.9	1.6	1.5
" 12	10.0	2.4	1.9	1.6	1.4
" 13	10.0	2.7	2.1	1.8	1.6
" 15	10.0	4.3	3.7	3.1	2.6
" 16	10.0	2.5	2.0	1.7	1.5
" 17	10.0	3.0	2.4	2.0	1.7
" 18	10.0	4.1	3.3	2.8	2.4
" 19	10.0	3.1	2.4	2.0	1.8

表-2で2分および4分の残存カルシウム濃度は小さいほどカルシウムイオン交換速度が大きいことを意味し、また15分の残存カルシウム量は小さいほどイオン交換容量が大きいことを意味す

る。

特許出願人 東洋曹達工業株式会社

手 続 補 正 書

特開昭54-147200(7)

昭和55年5月18日

5 補正の対象

明細書発明の詳細な説明の欄

特許庁長官 梶 谷 善 二 殿

1 事件の表示

昭和55年5月10日付出願の特許願

✓ 3-052466

2 発明の名称

ゼオライトの製造方法

3 補正をする者

事件との関係 特許出願人

住所 山口県新南陽市大字富田4560番地

名称 (330) 東洋曹達工業株式会社

代表者 青 木 周 吉

(連絡先) 〒107

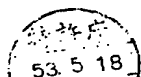
東京都港区赤坂1丁目7番7号(東曹ビル)

東洋曹達工業株式会社 特許情報部

電話番号 (585) 3311

4 補正命令の日付

自発補正



6 補正の内容

明細書20ページ表-1中の下から12行(実施例8)及び同10行(実施例10)の測定結果の数値を次のとおり補正する。

	0~1μ	1~2μ	2~3μ	3~4μ	4~5μ	5μ↑
実施例8	2.9	3.0.0	3.0.1	2.7.9	2.1	—
実施例10	1.9.3	2.0.6	2.9.4	1.5.8	1.3.6	1.3

以 上